

360  
3

**PAT-NO:** JP405256834A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 05256834 A  
**TITLE:** LIQUID CHROMATOGRAPH  
**PUBN-DATE:** October 8, 1993

**INVENTOR-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
YAMADA, NORIAKI	
KACHI, HIRONORI	

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
HITACHI LTD N/A	

**APPL-NO:** JP04053262  
**APPL-DATE:** March 12, 1992

**INT-CL (IPC):** G01N030/20

**US-CL-CURRENT:** 73/61.52

**ABSTRACT:**

**PURPOSE:** To obtain the liquid chromatograph in which the damage of columns is prevented by reducing pressure shocks given to the columns due to the rise in pressure at the time of sample injection.

**CONSTITUTION:** A control section 3 has a constant flow rate control function 10 and constant pressure control function 11 so that the section 3 can use either one of the functions by switching. During normal operations, accurate analyses are performed by using the function 10. When a flow passage is closed due to the switching of an injection valve 5, or the like, a pump 1 is controlled so that the exit-side pressure of the pump 1 detected by means of a pressure detector 2 can become constant.

**COPYRIGHT:** (C)1993,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-256834

(43)公開日 平成5年(1993)10月8日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

G 0 1 N 30/20

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 8506-2J

審査請求 未請求 請求項の数 2(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-53262

(22)出願日 平成4年(1992)3月12日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 山田 宜昭

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立

製作所計測器事業部内

(72)発明者 加地 弘典

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立

製作所計測器事業部内

(74)代理人 弁理士 小川 勝男

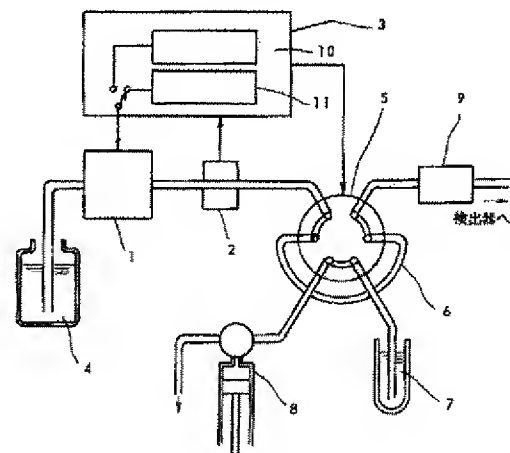
(54)【発明の名称】 液体クロマトグラフ

(57)【要約】

【目的】本発明の目的は、液体クロマトグラフに係り、特に試料注入時の圧力上昇による圧力ショックを少なくすることにより、カラムの損傷を防止するのに好適な液体クロマトグラフを得ることにある。

【構成】本発明では、制御部3に、定流量制御機能10と、定圧制御機能11を設け、この二者を切り換えて使用できるようになっている。通常の動作時は、定流量制御により正確な分析をする。注入バルブ5を切り換えている間など流路が閉鎖されている場合は、圧力検出器2で検出されるポンプ出口側の圧力が一定になるようにポンプ1を制御する。

図 1



- |               |                |
|---------------|----------------|
| 1 ... ポンプ     | 7 ... 試料       |
| 2 ... 圧力検出器   | 8 ... 試料用ポンプ   |
| 3 ... 制御部     | 9 ... カラム      |
| 4 ... 溶剤液     | 10 ... 定流量制御機能 |
| 5 ... 注入バルブ   | 11 ... 定圧制御機能  |
| 6 ... サンプルループ |                |

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】ポンプ、注入バルブを含む試料注入部、カラムを備えた液体クロマトグラフにおいて、間欠的なモータ運転速度変更により前記ポンプの出口側の流量を一定にする定流量制御機能と、連続的なモータ運転速度変更により前記ポンプの出口側の圧力を一定にする定圧制御機能を持つ制御部を設け、これら両制御の切り替えが任意に行なえ、定流量制御から定圧制御への切り替え時には定流量制御時の圧力となるように制御を行なうことを特徴とする液体クロマトグラフ。

【請求項2】請求項記載の液体クロマトグラフにおいて、上記両制御の切り替えを試料注入部の注入バルブの切り換えと同期して行なうことを特徴とする液体クロマトグラフ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は液体クロマトグラフに係り、特に試料注入時の圧力上昇による圧力ショックを少なくすることによりカラムの損傷を防止するのに好適な液体クロマトグラフに関する。

## 【0002】

【従来の技術】一般的な液体クロマトグラフの構成を図2に示す。ポンプで吸引された溶離液は、試料注入部、カラム、検出器を通り流れている。試料は、試料注入部の注入バルブで流路内に注入されカラムで分離される。分離された成分は、検出器で検出されその信号がデータ処理装置に送られる。データ処理結果は、分析結果として出力される。

【0003】代表的な試料注入部の原理を図3に示す。圧力の高い液体が流れている流路内に試料を注入するために、次のような動作をさせる。はじめは、(a)に示すように注入バルブ5がセットされており、ポンプ1によって溶離液4は、サンプルループ6を通り、カラム9へ流れている。次に、(b)に示すように注入バルブ5を切り換え、試料吸入ポンプ8を働かせ、サンプルループ6内に試料を吸入する。その後、再び(a)の状態に注入バルブ5を戻して、試料を高圧流路内に注入する。

【0004】従来の液体クロマトグラフでは、注入バルブを切り換えている間も、ポンプは、一定流量で送液をしていた。注入バルブを切り換えるときには図4のように、流路系が閉鎖されている状態がある。この状態でポンプは送液を続けるから、バルブより手前の流路内の圧力が上昇してしまう。その後、バルブ切り替えが完了した時点で上昇した圧力がカラムにかかり、カラムを損傷することがあった。また、ポンプの出口側の圧力が高くなるために、ポンプを使用最高圧近傍で用いた際に試料注入時に圧力限界を越え、ポンプが停止する糖など動作が不良になることもある。

【0005】これに対処するために、従来の液体クロマトグラフでは、図5に示すように注入バルブ部にバイパ

ス流路12を設けたり、図6に示すようにダンパー13をポンプと注入バルブ部間の流路内に入れたりしていた。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】上記従来技術のうち、バイパス流路による方法は、バイパス内を流れる液による誤差や試料拡散の点について配慮がされておらず、またバイパス流路内径を一定にすることが難しいために、動作が不安定であるという問題があった。また、ダンパーによる方法は、グラジエント装置を付けた場合に誤差の原因になるという問題があった。

【0007】本発明の目的は、これらの問題の無い液体クロマトグラフを提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、定流量制御と定圧制御の両者を設け、注入バルブを切り換えている間など流路が閉鎖されている間は、ポンプ出口側の圧力が一定になるように、ポンプを定圧制御するようにしたものである。また、流路が閉鎖されていない場合は、一定流量になるように制御し正確なクロマトグラフが得られるようにする。さらに定圧制御への切り替え時には定流量制御時の圧力となるよう制御し、その間の圧力変動が生じないようにする。

## 【0009】

【作用】ポンプの圧力を一定に保つことにより、注入バルブが切り替え時等のカラムにかかる圧力変動が少なくなり、カラムの損傷を防ぐことができる。また、バイパス流路や、ダンパーが無いのでそれによる試料の希釈やグラジエントの誤差が無い。

## 【0010】

【実施例】以下、本発明の一実施例を図により説明する。図1は本実施例の構成図である。ポンプ1で吸引された溶離液4は、注入バルブ5を通りカラム9へ送られる。試料7は、一旦、注入バルブ5を切り換えてから、試料用ポンプ8で、サンプルループ6に吸入する。その後、再び注入バルブ5を切り換えることにより、高圧流路に試料を注入する。

【0011】本発明では、制御部3に、定流量制御機能10と、定圧制御機能11を設けており、両者を任意に切り換えて使用できるようになっている。

【0012】定流量制御では、溶媒吸引工程から吐出工程への移行時に、溶媒圧縮による圧力変化補正のため一時的に運転速度を変更することを除き、ポンプのモータを一定の速度で回転させて一定流量の送液を実現している。従って、送液する溶液の組成が変化したり流路の抵抗が変化した場合でも常に定量送液を行なうことができる。

【0013】これにたいし、定圧制御では、圧力検出器2で検出されるポンプ出口の圧力が一定になるように送液量を連続的に変化させてポンプ1を制御する。送液す

る溶液の組成が一定で、流路抵抗に変化がない場合は、この方法でも一定流量の送液が可能である。

【0014】通常の動作時には、定流量制御を行なうことにより、溶液組成の変化にとらわれずに一定の流量で溶離液を送り、再現性の高い正確な分析を行なっている。注入バルブ5を切り換える間は、流路閉鎖が起こるので、ポンプ1を定圧制御する。この時、定圧制御は定流量制御時の圧力となるよう行なわれる。従ってバルブ動作による流路閉鎖時以外は一定流量が保たれ、かつこの間の流路閉鎖時でも圧力変動は生じない。

【0015】代表的な試料注入部とポンプの制御法の切替えの同期例を図7に示す。ポンプの制御方式の切替えは試料注入部の動作と同期しており、流路の閉鎖を伴うバルブ切替え時には必ず定圧制御となっている。このため圧力上昇は生じることがない。さらに送液は大部分の時間定流量送液となっており、送液する溶液の組成変化やカラムの劣化による流路抵抗変化の影響を受けずに一定流量を保つことができる。

【0016】実際の分析に際しての各部の動作の流れを示したものが図8である。定流量制御により送液しシステムの安定化を行ない、この時の圧力を読み込む。次にこの安定時圧力による定圧制御に切替え送液を続ける。この後試料注入部は注入バルブをロード側へ切替え試料をサンプルループに吸引する。次に注入バルブをインジェクション側に切替え試料を高圧流路内に注入し、これと同時に溶液のグラジエント開始あるいはデータの取り込みといった分析が開始される。この時ポンプは定圧送液であるため流路閉鎖による圧力上昇は生じない。この後すみやかにポンプは定流量制御に変更され、実際の分析はこの定流量制御条件下で行なわれる。従って送液する溶液の組成が変化した場合でも正確な定量送液が行な

え高い再現性を得ることができる。

【0017】本実施例によれば、注入バルブ5を切り換えている間の流路が閉鎖されることによる圧力の上昇がなくなる。従って、カラムを損傷することがなく、またポンプの最大使用可能圧に近い圧力でも試料の注入が可能である。さらに、前記バイパス流路による方法のような試料の希釈や誤差は生じることがない。また、ダンパーによるポンプとカラム間の容積の増大もないからグラジエント装置使用時の誤差も生じない。

#### 10 【0018】

【発明の効果】本発明によれば、注入バルブ切り換え時の圧力上昇がなくなり、分析時の流量誤差もない液体クロマトグラフが得られる効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例の構成図である。

【図2】一般的な液体クロマトグラフの構成図である。

【図3】試料注入部の原理図である。

【図4】流路閉鎖状態を表す図である。

【図5】バイパス流路方式図である。

#### 20 【図6】ダンパー方式図である。

【図7】試料注入部とポンプ制御切り替えの同期例を示す図である。

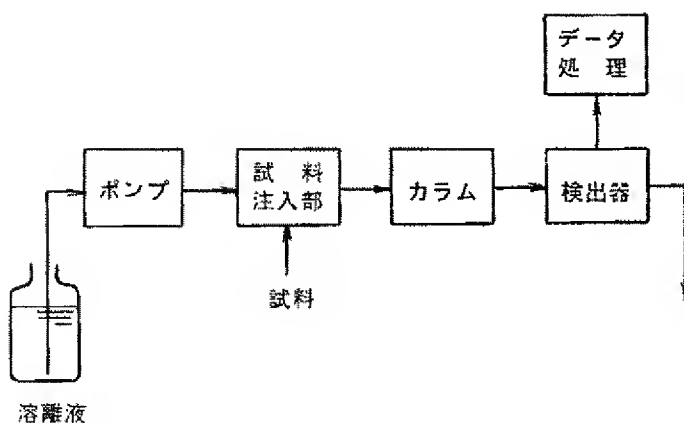
【図8】分析に際しての各部の動作の流れを示す図である。

【符号の説明】

1…ポンプ、2…圧力検出器、3…制御部、4…溶離液、5…注入バルブ、6…サンプルループ、7…試料、8…試料用ポンプ、9…カラム、10…定流量制御機能、11…定圧制御機能、12…バイパス流路、13…ダンパー。

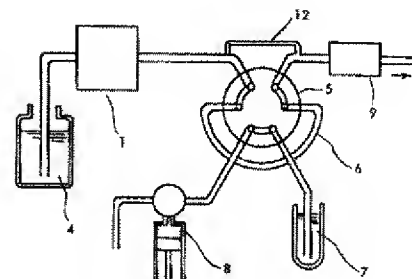
【図2】

図 2



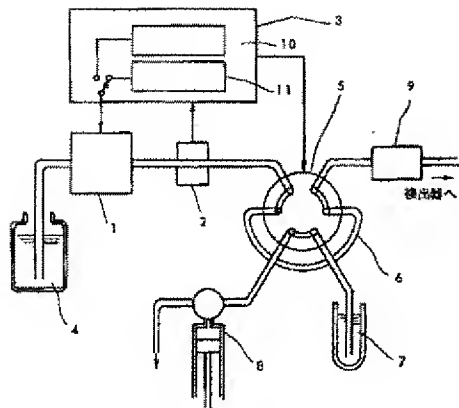
【図5】

図 5



【図1】

図 1

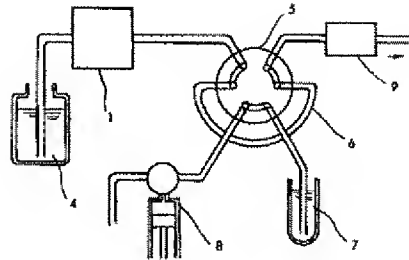


- |           |           |
|-----------|-----------|
| 1…ポンプ     | 7…試料      |
| 2…圧力検出器   | 8…試料用ポンプ  |
| 3…制御部     | 9…カラム     |
| 4…溶剤液     | 10…定流量制御弁 |
| 5…注入バルブ   | 11…定圧制御弁  |
| 6…サンプルループ |           |

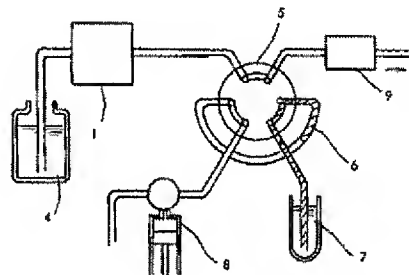
【図3】

図 3

(a)

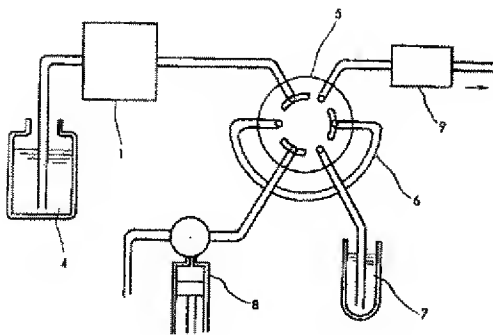


(b)



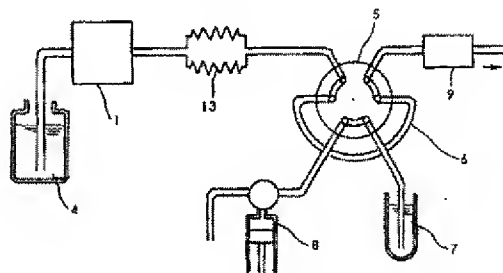
【図4】

図 4



【図6】

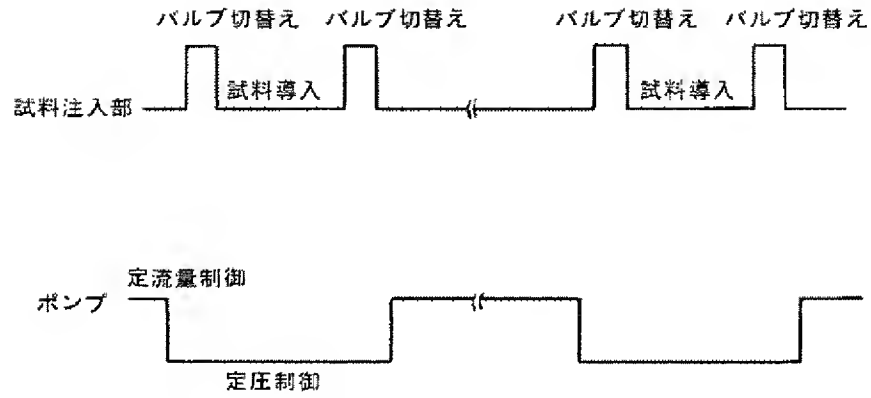
図 6



13…ダンパー

【図7】

図 7



【図8】

図 8

(ポンプ部)

(試料注入部)

